

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-151901

(P2001-151901A)

(43) 公開日 平成13年6月5日 (2001.6.5)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ド* (参考)
C 0 8 J 5/18	C E P	C 0 8 J 5/18	C E P 2 H 0 4 9
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	4 F 0 7 1
// C 0 8 L 1:10		C 0 8 L 1:10	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-336040

(22) 出願日 平成11年11月26日 (1999. 11. 26)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿 1 丁目 26 番 2 号

(72) 発明者 高田 昌人

東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社内

(72) 発明者 齋藤 浩一

東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社内

(72) 発明者 道端 勇

東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースエステルフィルム及び偏光板用保護フィルム

(57) 【要約】

【課題】 異物・欠陥が少なく、かつ、偏光板の耐久性を劣化させることがない、偏光板用保護フィルムとして好適なセルロースエステルフィルムを得ることにある。

【解決手段】 凝固点が 25℃以上の可塑剤と、凝固点が 25℃未満の可塑剤とを各々少なくとも 1 種含有し、かつ、融点が 20℃未満の紫外線吸収剤を少なくとも 1 種含有することを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 凝固点が 25℃以上の可塑剤と、凝固点が 25℃未満の可塑剤とを各々少なくとも 1 種含有し、かつ、融点が 20℃未満の紫外線吸収剤を少なくとも 1 種含有することを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【請求項 2】 凝固点が 25℃以上の可塑剤と、凝固点が 0℃以上 25℃未満の可塑剤とを各々少なくとも 1 種含有することを特徴とする請求項 1 に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 3】 融点が 20℃以上の紫外線吸収剤を含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 4】 紫外線吸収剤が、ベンゾトリアゾール系化合物であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 5】 セルロースエステルフィルムに含有される全可塑剤量が 5～15 質量%であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 6】 セルロースエステルフィルムに含有される全紫外線吸収剤量が 0.01～3.0 質量%であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 7】 セルロースエステルフィルムの膜厚が 30～70 μmであることを特徴とする請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項 8】 請求項 1～7 に記載されたセルロースエステルフィルムを用いたことを特徴とする偏光板用保護フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、特に液晶表示装置の偏光板用保護フィルムとして好適なフィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、液晶表示装置 (LCD) は種々のところに使用されるに伴って、高精細化がますます進んでいる。それに伴い、偏光板に要求される品質、例えば、異物・欠陥等に対する要求もますます厳しいものとなってきている。

【0003】 ところで、現在、LCD に用いられている偏光板用保護フィルムとしては主にセルローストリアセテート (TAC) フィルムが用いられているが、TAC フィルムに求められる、異物・欠陥の低減に対する要求も同じである。

【0004】 ところが、TAC フィルムにおいては、製膜工程において、フィルム中に含有される、可塑剤・UV 吸収剤等の添加剤が溶剤揮発とともに析出し表面に付着し易くなり、異物・欠陥となるという課題があった。

また、偏光板を作製する際の酸化処理時に、TAC フィルムから析出する異物も同様に欠陥の原因となっていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 従って、本発明の目的は、異物・欠陥が少なく、かつ、偏光板の耐久性を劣化させることがない、偏光板用保護フィルムとして好適なセルロースエステルフィルムを得ることにある。

【0006】

10 【課題を解決するための手段】 本発明は以下の手段により達成される。

【0007】 (1) 凝固点が 25℃以上の可塑剤と、凝固点が 25℃未満の可塑剤とを各々少なくとも 1 種含有し、かつ、融点が 20℃未満の紫外線吸収剤を少なくとも 1 種含有することを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0008】 (2) 凝固点が 25℃以上の可塑剤と、凝固点が 0℃以上 25℃未満の可塑剤とを各々少なくとも 1 種含有することを特徴とする前記 1 に記載のセルロースエステルフィルム。

20

【0009】 (3) 融点が 20℃以上の紫外線吸収剤を含有することを特徴とする前記 1 又は 2 に記載のセルロースエステルフィルム。

【0010】 (4) 紫外線吸収剤が、ベンゾトリアゾール系化合物であることを特徴とする前記 1～3 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0011】 (5) セルロースエステルフィルムに含有される全可塑剤量が 5～15 質量%であることを特徴とする前記 1～4 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

30

【0012】 (6) セルロースエステルフィルムに含有される全紫外線吸収剤量が 0.01～3.0 質量%であることを特徴とする前記 1～5 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0013】 (7) セルロースエステルフィルムの膜厚が 30～70 μmであることを特徴とする前記 1～6 のいずれか 1 項に記載のセルロースエステルフィルム。

【0014】 (8) 前記 1～7 に記載されたセルロースエステルフィルムを用いたことを特徴とする偏光板用保護フィルム。

40

【0015】 以下、本発明について、具体的に説明する。本発明に係るセルロースエステルとしては、セルローストリアセテート、セルロースジアセテート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートなどが挙げられる。セルローストリアセテートの場合は、特に重合度 250～400、結合酢酸量が 54～62.5%のセルローストリアセテートが好ましく、結合酢酸量が 58～62.5%が機械強度が強くなり好ましい。セルローストリアセテートは綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートと木材パルプ

50

から合成されたセルローストリアセテートのどちらかを単独あるいは混合して用いることができる。ベルトやドラムからの剥離性が良い綿花リントーから合成されたセルローストリアセテートを多く使用した方が生産性効率が高く好ましい。綿花リントーから合成されたセルローストリアセテートの比率が60質量%以上で剥離性の効果が顕著になるために、60質量%以上が好ましく、より好ましくは85質量%以上、更には、単独で使うことが最も好ましい。

【0016】本発明に使用するセルロースエステルは、平均重合度は、低すぎると強度が低くなり、高すぎると溶液の粘度が高くなりすぎる場合があるので、7000以上30000以下が好ましく、更に8000以上20000以下が好ましい。

【0017】本発明に用いられるセルロースエステルの具体的な製造方法については、例えば特開平10-45804号公報に記載されている方法により合成できる。

【0018】また、目的の置換比率を得るには、予め各々の種類のアシル基で一定量置換した後に、2種類以上を混合して得ることもできる。

【0019】本発明で用いることのできる可塑剤としては特に限定しないが、リン酸エステル系では、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、ジフェニルビフェニルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチルホスフェート等、フタル酸エステル系では、ジエチルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート等、グリコール酸エステル系では、トリアセチン、トリブチリン、ブチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート等を使用するのが好ましい。

【0020】本発明においては、可塑剤を少なくとも2種類以上混合して用い、更に、凝固点が25℃以上の可塑剤の少なくとも1種と、凝固点が25℃未満の可塑剤の少なくとも1種とを含有することを特徴とする。好ましい混合比率としては、凝固点が25℃以上の可塑剤の総量をA、凝固点が25℃未満の可塑剤の総量をBとした場合、 $A/(A+B)$ が0.1~0.9であり、より好ましくは0.2~0.8、更に好ましくは0.3~0.7である。

【0021】この様に凝固点が25℃未満の可塑剤を一部用いることにより、可塑剤・UV吸収剤等の添加剤が溶剤揮発とともに析出し表面に付着し易くなり、異物・欠陥となるという問題を大幅に軽減することが出来たものである。しかしながら総ての可塑剤を凝固点が25℃未満のものに代えた場合には、可塑剤の表面へのブリーディングが起りやすくなり、又、これがローラー等へ

付着したりして、これが異物の原因となったりする。また、セルロースフィルムの寸法安定性が劣化し、偏光板としての湿熱耐久性が劣化するので、全ての可塑剤を25℃未満にするのは好ましくない。前記のような比率で凝固点が25℃以上の可塑剤と併用することが好ましい。

【0022】また、可塑剤の総量としては、セルロースエステルフィルム中の固形分総和に対して、5~15質量%であることが好ましく、より好ましくは、8~13質量%、更に好ましくは、10~12質量%である。

【0023】本発明のセルロースエステルフィルムには、紫外線吸収剤を用いることが好ましく、紫外線吸収剤としては、液晶の劣化防止の点から波長370nm以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ良好な液晶表示性の点より波長400nm以上の可視光の吸収が可及的に少ないものが好ましく用いられる。

【0024】本発明においては、特に、波長370nmでの透過率が、10%以下である必要があり、好ましくは5%以下、より好ましくは2%以下である。

【0025】一般に用いられるものとしては、例えばオキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、ニッケル錯塩系化合物などがあげられるが、これらに限定されない。

【0026】これらの紫外線吸収剤においても融点が20℃以下のものを少なくとも1種含有することが好ましく、析出物を減少させることに効果がある。しかしながらこれも総て融点20℃未満のものではなく、20℃以上のものと併用することが工程異物発生点から好ましい。

【0027】本発明において、特に好ましい紫外線吸収剤としては、不要な着色や保存時の劣化の少ないベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤をセルロースエステルフィルムに添加するという態様が特に好ましい。特に、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤のなかでも、融点が20℃以下のものを、少なくとも1種含有することが工程異物発生点から更に好ましい。

【0028】本発明における紫外線吸収剤の使用量はセルロースエステルフィルムの固形分の総和に対する質量%で、0.01~3.0質量%、好ましくは、0.5~2.0質量%、より好ましくは0.8~2.0質量%である。紫外線吸収剤の使用量が3.0質量%より多いと透明性が悪くなり、フィルムが黄色く着色する傾向があり好ましくない。また、工程汚染の観点から、融点が20℃未満の紫外線吸収剤の添加量を、紫外線吸収剤の全量に対して、10~100質量%の割合で用いることが好ましく、より好ましくは50~100質量%の割合で用いることである。

【0029】セルロースエステルフィルムは一般に流延製膜法と呼ばれる方法により作られるが、これは、セル

ロースエステルを溶媒に溶解したドーブと呼ばれる溶解液を例えばステンレス製のエンドレス回転ベルトまたは回転ドラムの様な支持体上に流延することにより製膜するものである。

【0030】本発明に係るセルロースエステルの溶剤としては、例えばメタノール、エタノール、*n*-プロピルアルコール、*i*so-*n*-プロピルアルコール、*n*-ブタノールなどの低級アルコール類、ジオキサン類、メチレンクロライドのような低級脂肪族炭化水素塩化物類などを用いることができる。

【0031】本発明の溶剤比率としては、メチレンクロライドが88～96質量%、その他の溶剤は4～12質量%が好ましい。より好ましくは、メチレンクロライドが90～94質量%、その他の溶剤は6～10質量%である。

【0032】また、セルロースエステルと可塑剤のドーブ全体に対する濃度は15～30質量%が好ましい。より好ましくは、18～25質量%である。

【0033】溶剤を添加しての加熱溶解温度は、使用溶剤の沸点以上で、かつ該溶剤が沸騰しない範囲の温度が好ましく例えば60℃以上、80～110℃の範囲に設定するのが好適である。又、圧力は設定温度において、溶剤が沸騰しないように定められる。

【0034】溶解後は冷却しながら容器から取り出すか、または容器からポンプ等で抜き出して熱交換器などで冷却し、これを製膜に供する。

【0035】本発明に於けるセルロースエステルフィルムの流延による製造方法は特に制限はなく、当業界で一般に用いられている方法でよく、例えば米国特許第2,492,978号、同第2,739,070号、同第2,739,069号、同第2,492,977号、同第2,336,310号、同第2,367,603号、同第2,607,704号、英国特許第64,071号、同第735,892号、特公昭45-9074号、同49-4554号、同49-5614号、同60-27562号、同61-39890号、同62-4208号等に記載の方法を参考にすることができる。

【0036】セルロースエステルと溶剤のほかに必要な可塑剤、紫外線吸収剤等の添加剤は、予め溶剤と混合し、溶解または分散してからセルロースエステル溶解前の溶剤に投入しても、セルロースエステル溶解後のドーブへ投入しても良い。

【0037】加圧容器の種類は特に問うところではなく、所定の圧力に耐えることができ、加圧下で加熱、攪拌ができればよい。加圧容器はそのほか圧力計、温度計などの計器類を適宜配設する。

【0038】加圧は窒素ガスなどの不活性気体を圧入する方法や、加熱による溶剤の蒸気圧の上昇によって行ってもよい。

【0039】加熱は外部から行うことが好ましく、例え

ばジャケットタイプのものは温度コントロールが容易で好ましい。

【0040】溶剤を添加しての加熱温度は、使用溶剤の沸点以上で、かつ該溶剤が沸騰しない範囲の温度が好ましく例えば60℃以上、80～110℃の範囲に設定するのが好適である。又、圧力は設定温度において、溶剤が沸騰しないように定められる。

【0041】溶解後は冷却しながら容器から取り出すか、または容器からポンプ等で抜き出して熱交換器などで冷却し、これを製膜に供するが、このときの冷却温度は常温まで冷却してもよいが、沸点より5～10℃低い温度まで冷却し、その温度のままキャストを行うほうが、ドーブ粘度を低減できるためより好ましい。

【0042】本発明においては、セルロースエステルを溶解して得られるドーブを支持体上に流延（キャスト工程）した後、加熱して溶剤の一部を除去（支持体上乾燥工程）した後、支持体から剥離し、剥離したフィルムを乾燥（フィルム乾燥工程）して、セルロースエステルフィルムを得る。

【0043】キャスト工程における支持体はベルト状もしくはドラム状のステンレスを鏡面仕上げた支持体が使用される。キャスト工程の支持体の温度は一般的な温度範囲0℃～溶剤の沸点未満の温度で、流延することができるが、5℃～30℃の支持体上に流延するほうが、ドーブをゲル化させ剥離限界時間をあげられるため好ましく、5℃～15℃の支持体上に流延することがさらに好ましい。剥離限界時間とは透明で平面性の良好なフィルムを連続的に得られる流延速度の限界において、流延されたドーブが支持体上にある時間をいう。剥離限界時間は短い方が生産性に優れていて好ましい。

【0044】支持体上乾燥工程ではドーブを流延し、一旦ゲル化させた後、流延から剥離するまでの時間を100%としたとき、流延から30%以内にドーブ温度を40℃～70℃にすることで、溶剤の蒸発を促進し、それだけ早く支持体上から剥離することができ、さらに剥離強度が増すため好ましく、30%以内にドーブ温度を55℃～70℃にすることがより好ましい。この温度を20%以上維持することが好ましく、40%以上がさらに好ましい。支持体上での乾燥は残留溶媒量30%～150%で支持体から剥離することが、支持体からの剥離強度が小さくなるため好ましく、40～120%がより好ましく、更に好ましくは、80～100%である。剥離するときのドーブの温度は0℃～30℃にすることが剥離時のベース強度をあげることができ、剥離時のベース破断を防止できるため好ましく、5℃～20℃がより好ましい。

【0045】フィルム中の残留溶媒量は次式で表される。

残留溶媒量＝残存揮発分質量／加熱処理後フィルム質量×100%

なお残存揮発分質量はフィルムを 115℃で 1 時間加熱処理したとき、加熱処理前のフィルム質量から加熱処理後のフィルム質量を引いた値である。

【0046】フィルム乾燥工程においては支持体より剥離したフィルムをさらに乾燥し、残留溶媒量を 5 質量%以下、好ましくは 2 質量%以下、より好ましくは 0.5 質量%以下であることが、寸法安定性が良好なフィルムを得る上で好ましい。フィルム乾燥工程では一般にロール懸垂方式か、ピンテンター方式または、クリップテンター方式でフィルムを搬送しながら乾燥する方式が採られる。液晶表示用部材用としては、テンター方式で幅を保持しながら乾燥させることが、寸法安定性を向上させるために好ましい。特に支持体より剥離した直後の残留溶媒量の多いところで幅保持を行うことが、寸法安定性向上効果をより発揮するため特に好ましい。

【0047】特に、支持体から剥離した後の乾燥工程では、溶媒の蒸発によってフィルムは巾方向に収縮しようとする。高温度で乾燥するほど収縮が大きくなる。この収縮は可能な限り抑制しながら乾燥することが、出来上がったフィルムの平面性を良好にする上で好ましい。この点から、例えば、特開昭 62-46625 号公報に示されているような乾燥全工程あるいは一部の工程を巾方向にクリップでウェブの巾両端を巾保持しつつ乾燥させる方法/テンター方式が好ましい。

【0048】フィルムを乾燥させる手段は特に制限なく、一般的に熱風、赤外線、加熱ロール、マイクロ波等で行う。簡便さの点で熱風で行うのが好ましい。乾燥温度は 40℃～150℃の範囲で 3～5 段階の温度に分けて、段々高くしていくことが好ましく、80℃～140℃の範囲で行うことが寸法安定性を良くするためさらに好ましい。

【0049】これら流延から後乾燥までの工程は、空気雰囲気下でもよいし窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気下でもよい。乾燥雰囲気を溶媒の爆発限界濃度を考慮して実施することはもちろんのことである。

【0050】本発明のセルロースエステルフィルムの製造に係わる巻き取り機は一般的に使用されているものでよく、定テンション法、定トルク法、テーパーテンション法、内部応力一定のプログラムテンションコントロール法などの巻き取り方法で巻き取ることができる。

【0051】本発明に係るセルロースエステルフィルムの厚さは、LCD に使用される偏光板の薄肉化、軽量化の要望から、30～70 μm であることが好ましく、より好ましくは、35～60 μm、更に好ましくは 35～50 μm である。これ以上薄い場合は、フィルムの腰の強さが低下するため、偏光板作製工程上でシワ等の発生によるトラブルが発生しやすく、また、これ以上厚い場合は、LCD の薄膜化に対する寄与が少ない。

【0052】本発明のセルロースエステルフィルムについて、80℃、相対湿度 90% RH で 50 時間処理後の

寸法変化率が、縦方向・横方向ともに、-0.5～+0.5% であることが好ましい。より好ましくは、-0.4～+0.4% であり、更に好ましくは、-0.3～+0.3% である。

【0053】本発明のセルロースエステルフィルムについて、23℃、80% RH でのカール値が、-20～+40 (単位: 1/m) であることが好ましい。より好ましくは -20～+35、更に好ましくは、-20～+25 である。

【0054】本発明における、このカール値は、フィルム試料を、幅手方向に 35 mm、長手方向に 2 mm のサイズでサンプルを切出し、23℃、80% RH の条件下で 1 日調湿した後、サンプルの幅手方向のカールの曲率半径をメートルで求め、その逆数でカール値を表したもので、その単位は 1/m である。

【0055】又、本発明のセルロースエステルについて、40℃の水中でのカール値が、-20～+60 (単位: 1/m) であることが好ましい。より好ましくは -20～+50、更に好ましくは、-20～+40 である。

【0056】40℃の水中でのカール値とは、フィルム試料を、幅手方向に 35 mm、長手方向に 2 mm のサイズでサンプルを切出し、40℃の温水中に 60 分浸水した後、サンプルの幅手方向のカールの曲率半径をメートルで求め、その逆数でカール値を表したものであり、その単位は 1/m である。

【0057】また本発明に係るセルロースエステルフィルムには、必要ならマット剤として酸化珪素のような微粒子などを加えても支障はない。酸化珪素のような微粒子は有機物によって表面処理されていることが、フィルムのヘイズを低下できるため好ましい。表面処理で好ましい有機物としては、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザン、シロキサランなどがあげられる。微粒子の平均径が大きいほうがマット効果は大きく、平均径の小さいほうは透明性に優れるため、好ましい微粒子の一次粒子の平均径は 5～50 nm でより好ましくは 7～14 nm である。酸化珪素の微粒子としてはアエロジル

(株)製の AEROSIL 200、200V、300、R972、R972V、R974、R202、R812、OX50、TT600 などがあげられ、好ましくは AEROSIL R972、R974、R202、R812 などがあげられる。

【0058】セルロースエステルフィルム中には異物が少ない方が好ましい。特に偏光クロスニコル条件下で認識される異物が少ない方が好ましい。

【0059】偏光クロスニコル状態で認識される異物とは、2 枚の偏光板を直行 (クロスニコル) 状態にし、その間にセルロースエステルフィルムを置いて測定されるものをいう。このような異物は、偏光クロスニコル状態では、暗視野中で、異物の箇所のみ光って観察されるの

で、容易にその大きさと個数を識別することができる。

【0060】異物の個数としては、面積 250mm^2 当たり、偏光クロスニコル状態で認識される大きさが $5\sim 50\mu$ の異物が200個以下、 50μ 以上の異物が実質0個であることが好ましい。更に好ましくは、 $5\sim 50\mu$ の異物が100個以下、より好ましくは50個以下である。

【0061】上記、異物の少ないセルロースエステルフィルムを得るには、セルロースエステルを溶媒に溶解したドープ組成物を以下のような濾紙を用いて濾過することが好ましい。この場合、濾紙の種類としては、濾水時間(JIS P3801 7.5に準ずる)が20sec以上の濾紙を用い、かつ、濾過圧力を1600kPa以下で濾過して製膜することが好ましい。より好ましくは、30sec以上の濾紙を用いかつ濾過圧力を1200kPa以下、更に好ましくは、40sec以上の濾紙を用いかつ濾過圧力を1000kPa以下で濾過することである。また、上記濾紙は、2枚以上重ねて用いるとより好ましい。また、濾過圧力は、濾過流量と濾過面積を適宜選択することで、コントロールできる。

【0062】また、本発明のセルロースエステルフィルムの膜厚が $30\sim 70\mu\text{m}$ である。従来よりも、膜厚が薄い、これらのセルロースエステルフィルムの場合、本発明における前記の可塑剤、紫外線吸収剤等の併用及び量的な条件がより一層必要とされる。

実施例1

〈試料1の作製〉

(分散液Aの作製)

エタノール

27kg

微粒子I／二酸化ケイ素微粒子

3kg

(商品名：アエロジル200V、1次粒径：12nm；日本アエロジル(株)

〉製)

以上を混合し、ディゾルバーにて回転数500rpmにて30分攪拌後、マントンゴーリン型高压分散機にて、

20MPaの圧力で分散して、分散液を作製した。

(添加液Aの作製)

分散液A

20kg

綿花リンターから合成されたセルローストリアセテート

12kg

チヌピン171(チバスペシャルティケミカルズ製)

14kg

(紫外線吸収剤I：融点 -56°C)

チヌピン327(チバスペシャルティケミカルズ製)

14kg

(紫外線吸収剤II：融点 157°C)

メチレンクロライド

280kg

(ドープ組成物A)

綿花リンターから合成されたセルローストリアセテート

77kg

(酢化度61.0%)

木材パルプから合成されたセルローストリアセテート

13kg

(酢化度61.0%)

トリフェニルホスフェート(可塑剤A：凝固点 49.9°C)

8kg

エチルフタリルエチルグリコレート(可塑剤B：凝固点 13.0°C)

2kg

【0063】本発明のセルロースエステルフィルムは、液晶表示用部材として用いることができる。

【0064】液晶表示用部材とは液晶表示装置に使用される部材のことで、例えば、偏光板、偏光板用保護フィルム、位相差板、反射板、視野角向上フィルム、防眩フィルム、無反射フィルム、帯電防止フィルムなどがあげられる。

【0065】その中でも寸法安定性に対して厳しい要求のある偏光板、偏光板用保護フィルム、位相差板、視野角向上フィルムにおいて、本発明を適用することがより好ましい。

【0066】本発明に係る偏光板の作製方法は特に限定されず、一般的な方法で作製することができる。例えば、セルローストリアセテートフィルムをアルカリ処理し、沃素溶液中に浸漬延伸して作製した偏光膜の両面に、完全ケン化型ポリビニルアルコール水溶液を用いて貼り合わせる方法がある。アルカリ処理の代わりに特開平6-94915号、特開平6-118232号に記載されているような接着性を高める方法を使用しても良い。

【0067】

【実施例】以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0068】

11
メチレンクロライド
エタノール

ドープ組成物Aを密封容器に投入し、70℃まで加熱し、攪拌しながら、セルローストリアセテート(TAC)を完全に溶解しドープを得た。溶解に要した時間は4時間であった。ドープ組成物Aを濾過した後、ドープ組成物Aと添加液Aとを、インラインミキサーにて混合した後、ベルト流延装置を用い、ドープ温度35℃で22℃のステンレスバンド支持体上に均一に流延した。ステンレスバンド支持体の温度は20℃であった。この時、ドープ組成物Aと添加液Aとの混合比率は、紫外線吸収剤の質量%が、表1に示す量となるように調整した。

【0069】その後、剥離可能な範囲まで乾燥させた後、ステンレスバンド支持体上からドープを剥離した。このときのドープの残留溶媒量は25%であった。ドープ流延から剥離までに要した時間は3分であった。ステンレスバンド支持体から剥離した後、幅方向に保持しながら120℃の乾燥させた後、幅保持を解放して、多数のロールで搬送させながら120℃、135℃の乾燥ゾーンで乾燥を終了させ、フィルム両端に幅10mm、高さ5μmのナーリング加工を施して、膜厚60μmのセルローストリアセテートフィルム試料1を作製した。フィルム幅は1300mm、巻き取り長は3000mとした。巻き取り張力は、初期張力150Newton/1300mm、最終張力100Newton/1300mmとした。

12
414kg
36kg

【0070】(偏光板の作製)セルローストリアセテートフィルム試料1を40℃の2.5mol/l水酸化ナトリウム水溶液で60秒間アルカリ処理し、3分間水洗して鹼化処理層を形成し、アルカリ処理フィルムを得た。

【0071】次に厚さ120μmのポリビニルアルコールフィルムを沃素1kg、ホウ酸4kgを含む水溶液100kgに浸漬し、50℃で4倍に延伸して偏光膜を作った。この偏光膜の両面に前記アルカリ処理試料フィルムを完全鹼化型ポリビニルアルコール5%水溶液を粘着剤として各々貼り合わせ偏光板試料1を作製した。

【0072】(偏光板試料2~14の作製)セルローストリアセテートフィルム試料1の作製において、可塑剤A、B、紫外線吸収剤I、II以外に、下記紫外線吸収剤III、IV、ならびに、下記の可塑剤C、Dを用いて、表1に示すように添加量を変化させ、フィルム試料2~14ならびに偏光板試料2~14を作製した。

【0073】
紫外線吸収剤III：チヌビン326：融点 141℃
紫外線吸収剤IV：チヌビン213：融点 -40℃
可塑剤C：ジメチルフタレート：凝固点 0℃
可塑剤D：ブチルベンジルフタレート：凝固点 -40℃

【0074】

【表1】

試料 No.	TAC 膜厚 (μm)	可塑剤					紫外線吸収剤				備考
		凝固点 25℃以上	量 質量%	凝固点 25℃未満	量	総量	融点 20℃未満	量 質量%	融点 20℃以上	量 質量%	
1	60	A	8.0	B	2.0	10.0	I	0.5	II	0.5	本発明
2	60	A	5.0	B	5.0	10.0	I	0.5	II	0.5	本発明
3	60	A	2.0	B	8.0	10.0	I	0.5	II	0.5	本発明
4	60	A	3.0	B	3.0	6.0	I	0.5	II	0.5	本発明
5	60	A	7.0	B	7.0	14.0	I	0.5	II	0.5	本発明
6	60	A	8.0	B	2.0	10.0	I	1.0	—	0	本発明
7	60	A	8.0	B	2.0	10.0	IV	0.5	II	0.5	本発明
8	60	A	10.0	B	10.0	20.0	I	0.5	II	0.5	本発明
9	60	A	8.0	C	2.0	10.0	I	0.5	II	0.5	本発明
10	60	A	8.0	D	2.0	10.0	I	0.5	II	0.5	本発明
11	60	A	10.0	—	0	10.0	I	0.5	II	0.5	比較
12	60	—	0	B	10.0	10.0	I	0.5	II	0.5	比較
13	60	A	8.0	B	2.0	10.0	—	0	II	1.0	比較
14	60	A	8.0	B	2.0	10.0	—	0	III	1.0	比較

【0075】(評価方法)以上のようにして作製したフィルム試料1~14及び偏光板試料1~14について以下のような性能評価を行った。

【0076】(1)カール値(23℃、80%RH環境)

フィルム試料を、幅手方向に35mm、長手方向に2mmのサイズでサンプルを切出し、23℃、80%RHの

条件下で1日調湿した後、サンプルの幅手方向のカールの曲率半径をメートルで求め、その逆数でカール値を表す。単位は1/mである。

【0077】(2)カール値(40℃水中)

フィルム試料を、幅手方向に35mm、長手方向に2mmのサイズでサンプルを切出し、40℃の温水中に60分浸水した後、サンプルの幅手方向のカールの曲率半径

をメートルで求め、その逆数でカール値を表す。単位は1/mである。

【0078】(3) 異物・欠陥評価

フィルム試料を、クリーンルームにて1m×1mのサイズに切り出し、5倍のルーペにてフィルム表面を観察し、異物・変形等の欠陥のサイズと個数をカウントし、以下のように分類した。

○：50μ以上の異物0個、かつ、50μ以下の異物0～50個未満

○△：50μ以上の異物0個、かつ、50μ以下の異物50個以上

△：50μ以上の異物1～10個未満

×：50μ以上の異物10個以上

○△以上であれば実技上問題ないレベルである。

【0079】(4) 酸化液への析出物(異物)

以下のようにして、酸化処理での酸化液中への析出物(異物)の有無を確認した。

【0080】フィルム試料を、5cm×5cmの大きさに20枚断裁し、60℃に保温した8質量%のNaOH液500ml中に入れ、30分間攪拌処理した。その後、試料を取り出し、NaOH液中に異物が析出していないか確認し、以下のように分類した。

○：析出物は全く見られない

×：析出物が見られる。

【0081】(5) 偏光板耐久性テスト

10cm×10cmの偏光板試料2枚を熱処理(条件：80℃、90%RH、50時間)し、直行状態にした時の縦又は横の中心線部分のどちらか大きいほうの縁の白抜け部分の長さを測定し、下記のレベルに判定した。縁の白抜けとは直行状態で光を通さない偏光板の縁の部分が光を通す状態になることで、目視で判定できる。偏光板の状態では縁の部分の表示が見えなくなる故障となる。

◎：縁の白抜けが5%未満(偏光板として問題ないレベル)

○：縁の白抜けが5%以上10%未満(偏光板として問題ないレベル)

△：縁の白抜けが10%以上20%未満(偏光板として何とか使えるレベル)

×：縁の白抜けが20%以上(偏光板として問題のあるレベル)

△以上であれば実技上問題ないレベルである。

【0082】性能評価の結果を以下に示す。

【0083】

【表2】

試料 No.	カール		異物欠陥	ケン化液 への析出物	偏光板耐久性	備考
	23℃ 80%RH	水中 40℃				
1	23	38	○	○	◎	本発明
2	24	39	○	○	◎	本発明
3	21	40	○	○	◎	本発明
4	25	47	○	○	○	本発明
5	29	49	○	○	◎	本発明
6	23	38	○	○	◎	本発明
7	23	38	○	○	◎	本発明
8	42	63	○	○	△	本発明
9	26	45	○	○	○	本発明
10	38	58	○	○	△	本発明
11	53	72	×	○	◎	比較
12	29	53	○	○	×	比較
13	25	40	×	×	◎	比較
14	26	40	×	×	◎	比較

【0084】表2から分かるように、本発明の方法によれば、偏光板用保護フィルムに用いたときのセルロースエステルフィルムの欠陥の原因である、異物を減少させ、かつ、これを用いた偏光板自身の耐久性が劣化しないことが分かる。

【0085】

【発明の効果】本発明により、異物・欠陥が少なく、かつ、偏光板の耐久性を劣化させることがない液晶表示装置の偏光板用保護フィルムとして好適なセルロースエステルフィルムが得られた。

フロントページの続き

(72)発明者 上田 裕子
東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
社内

Fターム(参考) 2H049 BA02 BB13 BB33 BC09 BC22
4F071 AA09 AC12 AE04 AE05 AE19
AF57 AH19 BA02 BB02 BC01
BC02 BC12